

⑤

Int. Cl. 2:

C 07 C 119/048

C 07 C 118/02

①⑨ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES PATENTAMT



DE 27 47 524 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 27 47 524

⑫

Aktenzeichen: P 27 47 524.7

⑬

Anmeldetag: 22. 10. 77

⑭

Offenlegungstag: 3. 5. 78

⑮

Unionspriorität:

⑯ ⑰ ⑱

1. 11. 76 V.St.v.Amerika 737822

⑲

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung aromatischer Isocyanate

⑴

Anmelder: Allied Chemical Corp., Morristown, N.J. (V.St.A.)

⑵

Vertreter: Weber, D., Dipl.-Chem. Dr.rer. nat.; Seiffert, K., Dipl.-Phys.; Pat.-Anwälte, 6200 Wiesbaden

⑶

Erfinder: Meyers, Bernard A., East Brunswick, N.J. (V.St.A.)

DE 27 47 524 A 1

2747524

Dr. Hans-Heinrich Willpat
Dr. Dieter Weber
Dipl.-Phys. Klaus Seiffert
PATENTANWÄLTE

D - 62 WIESBADEN 121. Okt. 1977
Postfach 6145
Gustav-Freytag-Straße 25 Dr. We/Wh
☎ (0 61 21) 37 27 20
Telegrammadresse: WILLPATENT
Telex: 4 - 186 247

PD 7000-1270 Ge

Allied Chemical Corporation, Morris-
town, New Jersey 07960, USA

Verfahren und Vorrichtung zur konti-
nuierlichen Herstellung aromatischer
Isocyanate

Priorität: Serial No. 737 822 vom
1. November 1976 in USA

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung aromatischer Iso-
cyanate durch Umsetzung von Phosgen in einem Reaktor mit einem
aromatischen primären Amin unter Bedingungen, bei denen als
Zwischenprodukt ein Carbamylchlorid gebildet wird, dadurch ge-
kennzeichnet, daß man dem Reaktor genügend Wärme zuführt, um

809819/0806

Postbank: Frankfurt/Main 67 63-008

Bank: Dresdner Bank AG, Wiesbaden, Konto-Nr. 276 807

der Kühlwirkung zusätzlicher Phosgenmengen auf das Zwischenprodukt entgegenzuwirken, und auf diese Weise die Reaktorwandtemperatur einstellt und durch diese zugeführte Wärme die Reaktorwandtemperatur oberhalb der Temperatur hält, bei welcher das mit Phosgen reagierende Carbamylchlorid sich auf der Reaktorwand verfestigt, und so eine Ablagerung von festem Carbamylchlorid auf der Reaktorwand verhindert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als primäres Amin ein Diamin, vorzugsweise Toluoldiamin verwendet.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung zwischen dem Carbamylchlorid und Phosgen bei einer Temperatur oberhalb 90°C durchführt.
4. Pfropfflußreaktor zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 3, gekennzeichnet durch
 - a) eine erste zylindrische Kammer, in die einer der Reaktionspartner unter Druck eingeführt wird,
 - b) eine konzentrisch in der ersten Kammer angeordnete zweite zylindrische Kammer, in die der zweite Reaktionspartner unter Druck eingeführt wird, wobei die zweite Kammer sich nur über einen Teil der Länge der ersten Kammer erstreckt, Einrichtungen zur Einführung der Reaktionspartner im Gegenstromfluß in die betreffenden Kammern an einem Punkt, an welchem die Reaktionspartner voneinander isoliert sind, und zum anschließenden Vermischen der Reaktionspartner abstromwärts in einer Reaktionszone nahe dem Ende der zweiten zylindrischen Kammer und
 - c) Einrichtungen nahe der Reaktionszone, die die Wandtemperatur der Reaktionszone regeln.

809818/0805

2747524

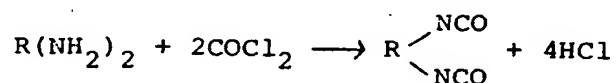
5. Reaktor nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen c) zur Regelung der Wandtemperatur ein konzentrischer Heizmantel, ein mit Wasserdampf beschickter Wärmeaustauscher oder eine andere Heizquelle ist.

809818/0805

2747524

Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung aromatischer Isocyanate

Die Umsetzung von Aminen mit Phosgen unter Bildung von Isocyanaten ist bekannt. Die Umsetzung kann durch die folgende allgemeine Reaktionsgleichung wiedergegeben werden:



Im Verlauf der Reaktion bildet sich das Zwischenprodukt Carbamylchlorid, das eine Neigung hat, unter normalen Reaktionsbedingungen Harnstoff und Teer zu bilden, die wesentliche Einbußen hinsichtlich der Ausbeute von erwünschtem Isocyanat darstellen. Um die Bildung dieser Nebenprodukte zu vermeiden, wurden verschiedene Verbesserungen bei der Herstellung von Isocyanaten mit Phosgen vorgeschlagen.

Eine bekannte Methode betrifft ein zweistufiges Verfahren, wobei die erste Stufe die Bildung eines Schlammes von Zwischenprodukten bei Temperaturen im Bereich von 0° C bis Raumtemperatur darstellt und anschließend die Zwischenprodukte mit Phosgen bei genügend hohen Temperaturen umgesetzt werden, um das Zwischenprodukt in das Isocyanat umzuwandeln, gewöhnlich bei Temperaturen im Bereich von 160 bis 200° C. Dieses Verfahren ergibt jedoch Schwierigkeiten, da große Mengen an Phosgen abgegeben werden, wenn die Temperatur im Verlauf der Reaktion erhöht wird.

Eine andere bekannte Methode ist die gemäß der US-PS 2 908 703, bei der Bemühungen, die Nebenproduktbildung auf ein

809818/0805

2747524

Minimum herabzusetzen, in einem zweistufigen Verfahren bestehen, wobei in einer ersten Stufe eine Umsetzung bei einer Temperatur von etwa 60 bis 90° C erfolgt und in einer zweiten Stufe das Zwischenprodukt aus der ersten Stufe weiter umgesetzt wird.

Noch ein anderes Verfahren, das gemäß der US-PS 3 226 410 arbeitet, ist ein kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von Diisocyanaten, bei dem das Ziel in einem Minimum an Rückmischung besteht und bei dem das Phosgen mit einem verdünnten Strom des mit einem inerten organischen Verdünnungsmittel mitgeführten Amins unter Überatmosphärendruck in einem gesteuerten turbulenten Fluß umgesetzt wird. Keine der bekannten Methoden verminderte jedoch in ausreichendem Maß die unerwünschte Nebenproduktbildung. Es besteht somit ein Bedarf an einer geeigneten Methode, die Ausbeute bei der Herstellung von Diisocyanaten zu erhöhen, indem man die Nebenproduktbildung auf ein Minimum vermindert.

Gemäß der Erfindung bekommt man einen neuen Pfropfenflußreaktor und ein Verfahren, die ein Rückmischen bei der Beschickungsmischzone ausschalten und die Produktion von Diisocyanaten mit einem Minimum unerwünschter Nebenprodukte erleichtern. Mit dem Verfahren und der Anordnung nach der Erfindung wird ein Verstopfen in der Reaktormischzone im wesentlichen ausgeschaltet.

Nach der Erfindung wird die Verstopfung in der Reaktormischzone, die hauptsächlich aus Carbamylchlorid, dem Zwischenprodukt der Isocyanatreaktion, besteht, im wesentlichen ausgeschaltet, indem man die Wandtemperatur der Reaktormischzone steuert oder reguliert. Durch eine solche Regulierung der Temperatur findet

809818/0805

eine Umsetzung des Carbamylchlorids zu dem erwünschten Diisocyanatprodukt rechtzeitig und im wesentlichen vollständig statt, bevor das Carbamylchlorid in der Lage ist, sich auf der Wandung des Reaktors abzulagern, was zu einem Verstopfen in dem Reaktor führen würde.

Eine Regulierung der Reaktion des Carbamylchlorids gemäß der Erfindung erreicht man durch Einstellung bzw. Regelung der Wandtemperatur und damit der Temperatur, welcher das Carbamylchlorid in dem Reaktor ausgesetzt wird. Vorzugsweise wird für diesen Zweck ein Wasserdampfmantel verwendet.

Auf der Grundlage dieser Wärmeüberföhrungsberechnungen und der Tatsache, daß Carbamylchlorid sich bei einer Temperatur von etwa 90 bis 140° C zu dem Diisocyanat zersetzt, fand man, daß ein Erhitzen der Reaktorwand ein Verstopfen der Reaktionszone und die Bildung von unerwünschtem Nebenprodukt verhindert, während nur praktische Betrachtungen eine obere Temperaturgrenze setzen, so daß allgemein Temperaturen zwischen etwa 90 und etwa 200° C verwendet werden können.

In der Zeichnung bedeutet

Fig. 1 ein Fließschema, das eine bevorzugte Ausführungsform zur Herstellung von Diisocyanat unter Benutzung der verbesserten Reaktorordnung und des Verfahrens nach der Erfindung erläutert,

Fig. 2 einen schematischen senkrechten Schnitt, der einen Reaktor der im Verfahren nach der Erfindung verwendeten Art erläutert, worin das Isocyanat aus dem Phosgen und aromatischen Amin gebildet wird, und

2747524

Fig. 3 ein Fließschema, das eine andere Ausführungsform nach der Erfindung erläutert, ähnlich dem in Fig. 1.

In der nachfolgenden Beschreibung wird Toluoldiamin (TDA) als typisches aromatisches Amin zur Erläuterung der Erfindung verwendet. Es liegt jedoch auf der Hand, daß auch verschiedene andere aromatische Amine verwendet werden können, um dabei die Vorteile nach der Erfindung zu bekommen.

Nach der Erfindung werden Phosgen und eine Lösung eines primären aromatischen Amins in einem inerten organischen Lösungsmittel miteinander umgesetzt, und zwar anfangs bei einer Temperatur zwischen etwa 60 und etwa 90° C und anschließend mit Hilfe der Reaktionswärme und der Wärme des sekundären Rückmischreaktors. Das Reaktionszwischenproduktgemisch wird einer genügend hohen Temperatur ausgesetzt, um das Zwischenprodukt in das Isocyanat umzuwandeln, bevor es verminderten Temperaturen ausgesetzt werden kann, die unerwünschte Nebenprodukte aus dem Zwischenprodukt Carbamylchlorid entstehen lassen. In dem Verfahren werden aromatische Isocyanate durch Umsetzung von Phosgen mit einem aromatischen primären Amin unter solchen Bedingungen hergestellt, bei denen als Zwischenprodukt Carbamylchlorid gebildet wird. Der Reaktion wird ausreichend Wärme zugeführt, um der Abkühlwirkung des Phosgens entgegenzuwirken. Die Reaktorwandtemperatur wird oberhalb der Temperatur gehalten, die während der anschließenden Reaktion zwischen dem Carbamylchlorid und Phosgen unter Bildung des erwünschten Isocyanates herrscht.

Bei einer repräsentativen Ausführungsform der Erfindung wird eine verdünnte Lösung des aromatischen Amins in einem inerten

809818/0805

2747524

organischen Lösungsmittel, wie Dichlorbenzol, in den ersten Reaktor eingeführt. Konkurrierend mit der Zugabe der Aminlösung zu dem ersten Reaktor wird auch Phosgenflüssigkeit aus irgendeiner bequemen Quelle dem Reaktor durch einen getrennten Eintrittspunkt zugeführt. Die Masse in dem Reaktionskessel wird vorzugsweise gut gerührt oder bewegt, und es wird genügend Wärme über die Reaktionswärme der exothermen Reaktion des Amins mit dem Phosgen zugeführt, um die für die Phosgenierung bevorzugte Temperatur aufrechtzuerhalten.

Vorzugsweise werden die Lösung des Amins und das Phosgen mit solchen Geschwindigkeiten eingeführt, daß wenigstens ein 50 %-iger stöchiometrischer Überschuß an Phosgen gegenüber der für die Umsetzung mit dem Amin theoretisch erforderlichen Menge vorliegt.

Das Verfahren nach der Erfindung wird vorzugsweise kontinuierlich durchgeführt und wird nun unter Bezugnahme auf die Zeichnung beschrieben, worin mit Apostroph versehene Bezugszeichen in Fig. 3 ähnlichen Teilen in Fig. 1 entsprechen, die die gleichen Bezugszeichen ohne Apostroph tragen.

In der Zeichnung ist 24 ein Beschickungsbehälter für das flüssige Phosgen, der mit einer Beschickungsleitung 17 versehen ist, welche die Phosgenbeschickung zu dem Reaktor 10 führt. In Fig. 3 ist 25 ein Beschickungsbehälter für eine Lösung von Phosgen in einem Lösungsmittel und besitzt eine Beschickungsleitung 25', die eine Vermischung mit dem flüssigen Phosgen aus der Leitung 17' bewirkt und das Gemisch dann über Leitung 28' zu dem Reaktor 10' führt. 23 und 23' sind Beschickungsbehälter für das Amin, und 22 und 22' sind die Lösungsmittelbeschickungsbe-

809818/0805

hälter. Die Aminbeschickung aus der Leitung 15 bzw. 15' vermischt sich mit dem Lösungsmittel der Leitung 14 bzw. 14', und das Gemisch wird dann über die Leitung 16 bzw. 16' dem Reaktor 10 zugeführt. Das Gemisch von Amin und Lösungsmittel in Leitung 16 bzw. 16' tritt entweder mit dem flüssigen Phosgen aus der Leitung 17 oder mit dem Gemisch von Phosgen und Phosgenlösung aus den Leitungen 25' und 17' in der Mischzone 29 des Reaktors 10 in Berührung. Um ein gutes Vermischen in dem Reaktor 10 ohne Rückmischen zu gewährleisten, hat der Reaktor 10 solche Größe, daß die Geschwindigkeit des Stromes 28' oder 17 in dem Reaktoringraum 30 geringer als die Geschwindigkeit des Stromes 16 bzw. 16' in der Beschickungsröhre 31. Ein Geschwindigkeitsverhältnis von 2,6 : 1 gewährleistet ein gutes Vermischen, während das Rückmischen auf ein Minimum herabgesetzt wird. Ein Heizmantel 11 ist vorgesehen, um die Reaktorwandtemperatur oberhalb 90° C zu halten und so eine Verstopfung in der Reaktionszone zu verhindern. In dem Heizmantel wird bequemerweise Wasserdampf als das Heizmedium verwendet, doch kann auch irgendeine andere Heizmethode angewendet werden, wie mit heißem Öl in dem Heizmantel oder mit Wärmeenergie, Wasserdampfenergie oder elektrischer Energie. Die Reaktionsmasse, die ein Gemisch von Lösungsmittel, Zwischenprodukt und Isocyanatprodukt enthält, wird durch die Leitungen 26 bzw. 26' kontinuierlich zu den beiden sekundären rückgemischten und gerührten Reaktoren 12, 27 bzw. 12', 27' (Fig. 1 bzw. 3) überführt, die auf einer Temperatur von 110 bis 155° C gehalten werden, um die Umsetzung zu dem erwünschten Isocyanat zu vervollständigen. Überschüssiges Phosgen und Chlorwasserstoffsäure als Nebenpro-

2747524

dukt werden aus den Reaktoren 12, 27 bzw. 12', 27' als ein Gas entfernt, wobei der Hauptteil des Phosgens in dem Kondensor 18 bzw. 18' kondensiert und von dem Behälter 20 bzw. 20' zur Wiederverwendung zu dem Phosgenbeschickungsbehälter 24 bzw. 24' geschickt wird. Der Gasstrom verläßt den Behälter 20 bzw. 20' über Leitung 19 bzw. 19' für eine weitere Verarbeitung, um das restliche Phosgen für eine Wiederverwendung und das HCl-Nebenprodukt zu gewinnen. Die Reaktionsmasse aus dem Reaktor 27 bzw. 27' wird über Leitung 32 bzw. 32' zu der Produktreinigung geschickt.

Verschiedene primäre aromatische Amine können nach diesem Verfahren in das entsprechende Isocyanat umgewandelt werden. Das Amin kann ein Monoamin, ein Diamin oder irgendein anderes Polyamin sein. Beispiele aromatischer Amine, die in dem Verfahren nach der Erfindung verwendet werden können, sind Anilin, die isomeren Toluidine, die isomeren Xylidine, o-, m- und p-Alkylaniline, o-, m- und p-Chloraniline, die isomeren Dichloraniline, die isomeren Phenylendiamine, die isomeren Diaminotoluole, die isomeren Diaminoxylole, verschiedene Diaminoalkylbenzole, α - und β -Naphthylamine, die isomeren Diaminonaphthaline, die isomeren Bisaminophenylmethane, die isomeren Trisaminophenylmethane, die Dianisidine, die Diaminodiphenyle und Gemische dieser Amine. Das Amin sollte frei von Gruppen sein, die die Reaktion zwischen der Aminogruppe und dem Phosgen oder aber den Isocyanatrest stören würden, da sie aktive Wasserstoffatome enthalten. Solche Gruppen sind beispielsweise -OH, -COOH, -SH usw. Das am meisten bevorzugte Diamin ist Toluoldiamin.

809818/0805

2747524

Die bei der Phosgenierung nach der Erfindung verwendeten Anfangstemperaturen liegen im Bereich von etwa 60 bis etwa 90° C. Die bevorzugten Temperaturen in diesem Bereich liegen bei 65 bis 80° C.

Es wird normalerweise aus Bequemlichkeitsgründen ein Druck von 2 atü (30 psig) verwendet, obwohl auch ein höherer oder niedrigerer Druck angewendet werden kann.

Die in dem Verfahren verwendeten Lösungsmittel sind jene, die gegenüber den Reaktionspartnern und Produkten inert sind. Obwohl aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, die gegenüber den Reaktionspartnern und Produkten inert sind, zufriedenstellende Lösungsmittel sind, sind die bevorzugten Lösungsmittel die chlorierten Kohlenwasserstoffe. Repräsentative Beispiele dieser Klasse sind Monochlorbenzol, Dichlorbenzol, Tetrachlorkohlenstoff, die entsprechenden chlorierten Toluole und Xylole und Trichloräthylen. Das am meisten bevorzugte Lösungsmittel ist Dichlorbenzol. Es ist erwünscht und bevorzugt, ein Lösungsmittel auszuwählen, das niedriger als das Isocyanatprodukt siedet.

Das Amin kann in den Reaktionskessel in einer Lösung in dem chlorierten Kohlenwasserstofflösungsmittel eingeführt werden. Die Konzentrationen des Amins können von etwa 2 bis 20 Gewichts-% der Lösung variiert werden. Die Umsetzung verläuft auch bei niedrigeren Konzentrationen, doch führen niedrigere Konzentrationen zu unwirtschaftlich niedrigen Volumenproduktivitäten. Höhere Konzentrationen des Amins führen zur Bildung von unerwünschten Nebenprodukten, d.h. Harnstoff, substituiertem Harnstoff, Polyharnstoff und Teerverbindungen. Der bevor-

809818/0805

2747524

zugte Bereich der Aminlösung liegt bei 5 bis 10 Gewichts-% Amin.

Die Phosgenkonzentration in der Reaktionslösung wird durch die Temperatur, die für die Reaktion angewendet wird, gesteuert oder reguliert. Vorzugsweise sollte eine im wesentlichen gesättigte Lösung von Phosgen in dem Lösungsmittel während der gesamten Reaktion aufrechterhalten werden. Niedrige Phosgenkonzentrationen führen zu verminderter Effizienz infolge der Bildung von Nebenprodukten. Die Verwendung größerer Mengen von Phosgen wirken sich auf die Effizienz des Verfahrens nicht nachteilig aus. Es liegt jedoch auf der Hand, daß Vorkehrungen für die Handhabung des überschüssigen Phosgens getroffen werden müssen, so daß große Phosgenüberschüsse vermieden werden sollten.

Die folgenden Beispiele dienen der weiteren Erläuterung der Erfindung.

Beispiel 1

Gemäß den Fig. 1 und 2 wurden 100 Pfund/Std. Toluoldiamin mit 900 Pfund/Std. Dichlorbenzol bei 60° C vermischt und zu dem Reaktor 10 geschickt. Ähnlich wurden 365 Pfund/Std. Phosgen bei 0° C zu dem Reaktor 10 gepumpt. Der Reaktor 10 war so bemessen, daß ein Geschwindigkeitsverhältnis von 2,6 : 1 zwischen dem Toluoldiamin-Dichlorbenzolgemisch und dem Phosgen, die in der Reaktionszone 29 eintraten, aufrechterhalten wurde.

Die Reaktion verlief adiabatisch, wobei die Reaktionsmasse den Reaktor mit einer Temperatur von 110° C über die Leitung 26 verließ. Wasserdampf wurde dem Mantel an dem Punkt 33 zugeführt,

809818/0805

2747524

um eine Wandtemperatur des Reaktors 10 von 90° C aufrechtzuerhalten. Der Reaktor 10 arbeitete mit einem Druck von 2 atü (30 psig).

Die Umsetzung zu dem Diisocyanat wurde in den Reaktoren 12 und 27 vervollständigt. Der Reaktor 12 wurde auf 110° C und der Reaktor 27 auf 145° C gehalten. Phosgen und Nebenprodukt HCl wurden zusammen mit Spuren Mengen von Produktisocyanat als Kopfprodukt in dem Strom 13 abgenommen. Der Strom 13 bestand aus 182,6 Pfund/Std. Phosgen und 116,6 Pfund/Std. HCl. Das Phosgen wurde aus dem HCl durch Kondensation gewonnen, und 182,6 Pfund/Std. wurden zu dem Behälter 20 geschickt. 116,6 Pfund/Std. HCl wurden als gasförmiges HCl in einer Standardanlage gewonnen. 1065,8 Pfund/Std. Reaktionsprodukte wurden über Leitung 32 entfernt. Dieses Reaktionsprodukt bestand aus 3,1 Pfund/Std. HCl, 20,3 Pfund/Std. Phosgen, 900 Pfund/Std. Dichlorbenzol, 130,5 Pfund/Std. Toluoldiisocyanat und 11,9 Pfund/Std. Reaktionsnebenprodukt. Das Proprodukt Toluoldiisocyanat wurde durch fraktionierte Destillation gereinigt. Die Ausbeute an Toluoldiisocyanat lag bei etwa 91 %, bezogen auf das Amin.

Beispiel 2

Gemäß den Fig. 2 und 3 wurden 100 Pfund/Std. Toluoldiamin mit 450 Pfund/Std. Dichlorbenzol bei 60° C vermischt und zu dem Reaktor 10' geschickt. Gleichzeitig wurden 301 Pfund/Std. Phosgen mit einer Lösung vermischt, die 360 Pfund/Std. Dichlorbenzol und 64 Pfund/Std. Phosgen enthielt, und über Leitung 28 zu dem Reaktor 10' geschickt. Das Gemisch hatte 0° C. Der Reaktor 10' war so bemessen, daß zwischen dem Toluoldiamin-Dichlor-

809818/0805

2747524

benzolgemisch und dem Phosgen-Dichlorbenzolgemisch, die in die Reaktionszone 29 eintraten, ein Geschwindigkeitsverhältnis von 2,6 : 1 aufrechterhalten wurde.

Die Reaktion verlief adiabatisch, wobei die Reaktionsmasse den Reaktor mit einer Temperatur von 110° C über die Leitung 26 verließ. Wasserdampf wurde in den Mantel bei dem Punkt 33 eingeführt, um die Wandtemperatur des Reaktors 10 auf 90° C zu halten. Der Reaktor 10' arbeitete mit einem Druck von 2 atü (30 psig).

Die Umsetzung zu dem Diisocyanat wurden in den Reaktoren 12' und 27' vervollständigt. Der Reaktor 12' wurde auf 110° C und der Reaktor 27' auf 145° C gehalten. Phosgen und Nebenprodukt-HCl wurden zusammen mit Spurenmengen von Produkt Isocyanat als Kopfprodukt in dem Strom 13' abgenommen. Der Strom 13' bestand aus 182,6 Pfund/Std. Phosgen und 116,6 Pfund/Std. HCl. Das Phosgen wurde aus dem HCl durch Kondensation gewonnen, und 182,6 Pfund/Std. wurden zu dem Behälter 20' geschickt. 116,6 Pfund/Std. HCl wurden als wäßriges HCl in einer Standardanlage gewonnen. 1065,8 Pfund/Std. Reaktionsprodukte wurden über Leitung 32' entfernt. Dieses Reaktionsprodukt bestand aus 3,1 Pfund/Std. HCl, 20,3 Pfund/Std. Phosgen, 900 Pfund/Std. Dichlorbenzol, 130,5 Pfund/Std. Toluoldiisocyanat und 11,9 Pfund/Std. Reaktionsnebenprodukt. Das Produkt Toluoldiisocyanat wurde durch fraktionierte Destillation gereinigt. Die Ausbeute an Toluoldiisocyanat war etwa die gleiche wie in Beispiel 1, bezogen auf das Amin.

809818/0805

- 15 -
Leerseite

Nummer: 27 47 524
 Int. Cl. 2: C 07 C 119/048
 Anmeldetag: 22. Oktober 1977
 Offenlegungstag: 3. Mai 1978

2747524

- 17 -

FIG. 2

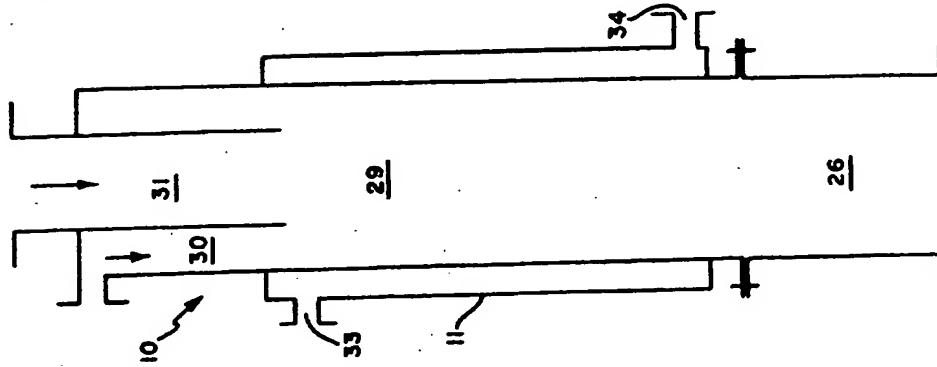
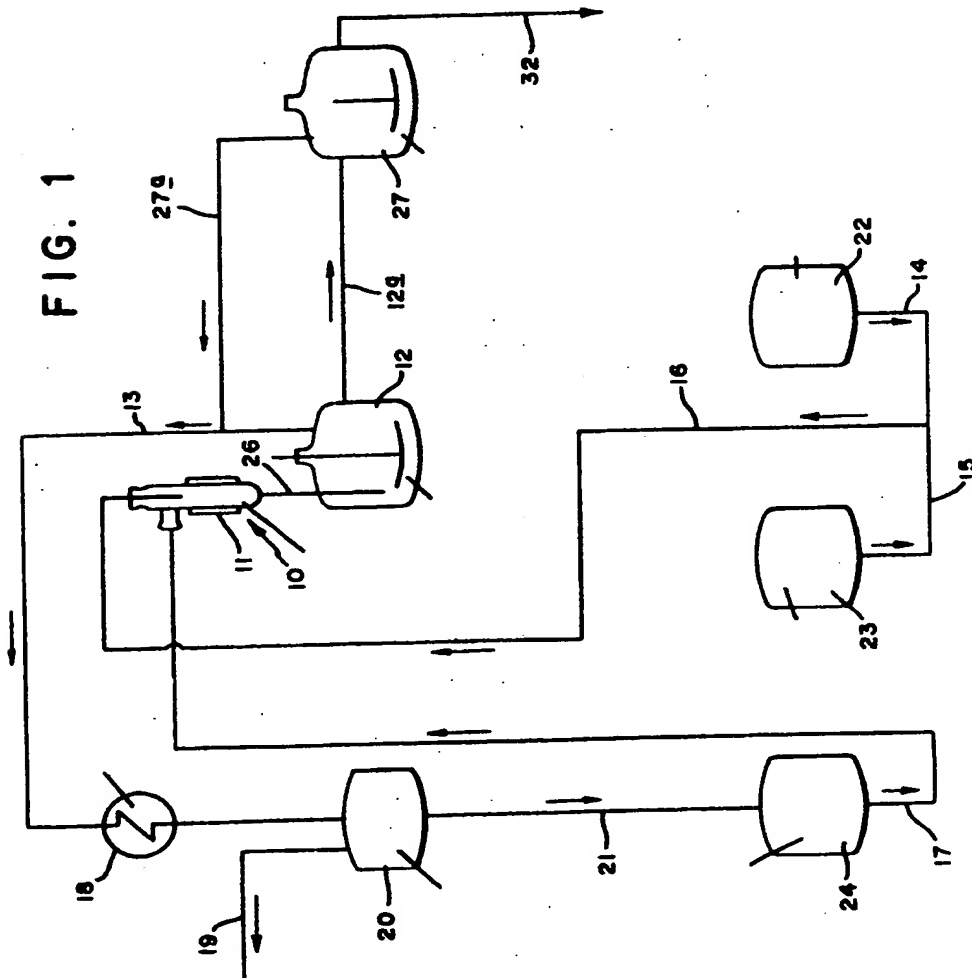


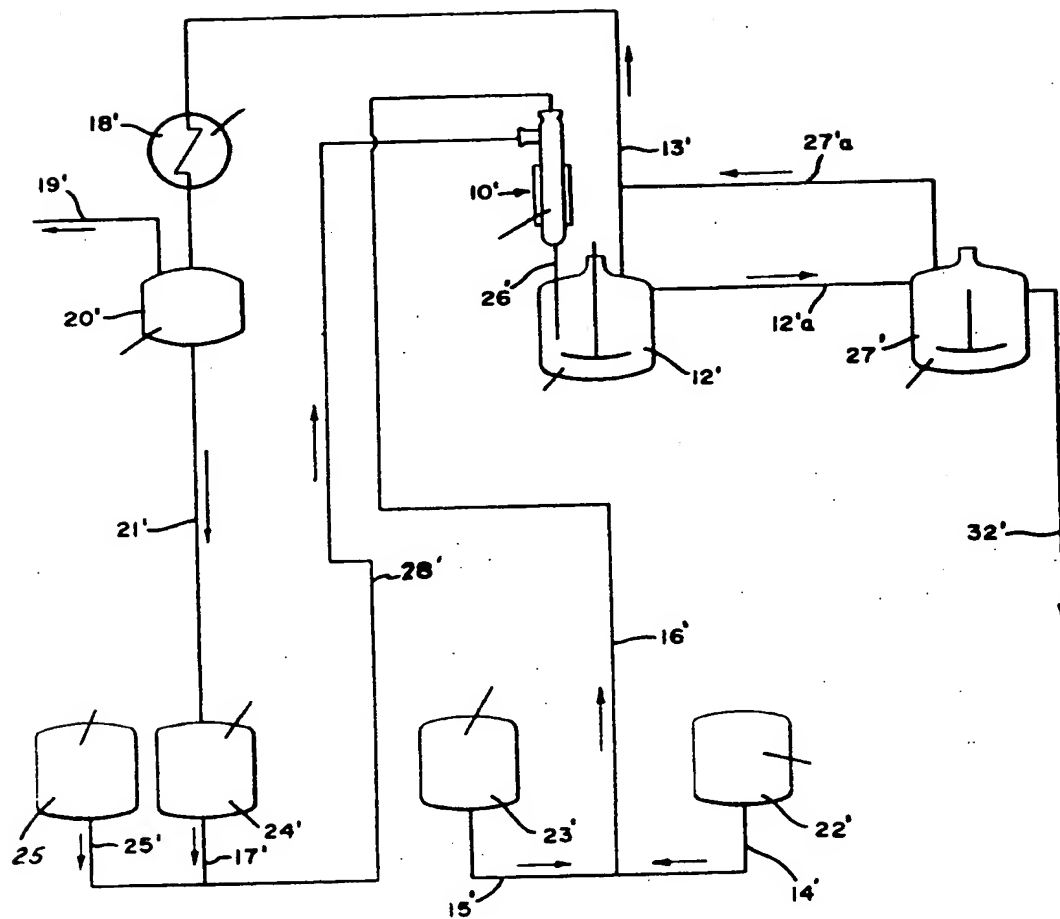
FIG. 1



809818/0805

-16-

FIG. 3



809818/0805